

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ СИСТЕМ
УПРАВЛЕНИЯ И

И РАДИОЭЛЕКТРОНИКИ» (ТУСУР)

Кафедра радиоэлектронных технологий и экологического мониторинга
(РЭТЭМ)

УЧЕБНО - МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ ДЛЯ ЛАБОРАТОРНЫХ
РАБОТ
ПО ДИСЦИПЛИНЕ

**«Экологический мониторинг и технологии защиты окружающей
среды»**

по направлению подготовки *«Экология и природопользование»*, по
профилю *«Экологическая безопасность и управление в сфере охраны
окружающей среды»* и уровню подготовки *«Магистратура»*

Разработчик: Доцент кафедры РЭТЭМ
Е.Г.Незнамова

Томск 2017

СОДЕРЖАНИЕ:

1. Лабораторная работа 1. Определение концентраций формальдегида и фенола в воздухе рабочей зоны 3
2. Лабораторная работа 2. Определение кислорода в воздухе придорожной зоны и в помещениях 6
3. Лабораторная работа 3. Определение оптической плотности растворов хлорофилла в растениях 8

Лабораторная работа 1. Определение концентраций формальдегида и фенола в воздухе рабочей зоны

Краткая теоретическая часть

Муравьиный альдегид (формальдегид) НСОН – бесцветный газ с резким запахом, температура плавления – $29\text{ }^{\circ}\text{C}$, температура кипения – $19\text{ }^{\circ}\text{C}$, хорошо растворим в воде, этаноле, эфире. Формальдегид широко используется для получения полимерных материалов, в медицине и пищевой промышленности – как консервант. Содержание его нормируется в воздухе населенных мест, в воздухе рабочей зоны. Он может быть обнаружен также в воздухе помещений с полимерными покрытиями. Класс опасности второй.

Оборудование. Фотоколориметр. Аспиратор. Пипетки вместимостью 1, 5, 10 и 20 мл. Колбы мерные вместимостью 100 мл – 2 шт. Поглотительные приборы с пористой пластинкой – 2 шт. Баня водяная. Ацетилацетоновый реактив.

Ход работы. Растворяют 150 г ацетата аммония в 500 мл воды в мерной колбе емкостью 1 л. К раствору добавляют 2 мл ацетилацетона, 3 мл уксусной кислоты и объем в колбе доводят до метки водой. Раствор перемешивают и хранят в склянке из темного стекла (поглотительный раствор). Формалин, 40 %-ный раствор формальдегида. Натрия гидроксид, 30 %-ный раствор. Хлороводородная кислота, разбавленная (1:5). Натрия тиосульфат, 0,05 М раствор. Йод, 0,05 М раствор. Крахмал водорастворимый, 1 %-ный раствор. Стандартный раствор формальдегида. Вносят в мерную колбу вместимостью 250 мл 5 мл формалина, доводят до метки водой и определяют содержание формальдегида в этом растворе. Для этого 5 мл раствора помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, приливают 20 мл 0,05 М раствора йода и по каплям вносят 30 %-ный раствор гидроксида натрия до появления бледно-желтой окраски. Через 10 мин оттитровывают избыток йода 0,05 М раствором тиосульфата натрия. Когда раствор станет светло-желтым, прибавляют несколько капель крахмала и дотитровывают до обесцвечивания раствора. Предварительно устанавливают количество тиосульфата, расходуемое на титрование 20 мл 0,05 М раствора йода. По разности количества тиосульфата, израсходованного на контрольное титрование и на титрование избытка йода, устанавливают количество йода, которое пошло на окисление формальдегида.

Рассчитывают концентрацию раствора формальдегида по формуле, мг/ мл

$$C = 1,5015 (V_1 - V_2) / V_3,$$

где 1,5015 – масса формальдегида, соответствующая 1 мл 0,05 М раствора йода, мг.

Построение градуировочного графика.

В 6 пробирок последовательно вносят 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мкг формальдегида и с помощью пипетки приливают в каждую пробирку поглотительный раствор до объема 5 мл (табл. 1.1).

Таблица 1.1 Шкала стандартов

Номер раствора	Объем стандартного раствора, мл	Объем воды, мл	Содержание формальдегида, мкг
1	0	5	0
2	0.2	4.8	2.0
3	0.4	4.6	4.0
4	0.6	4.4	6.0
5	0.8	4.2	8.0
6	1	4.0	10.0

Пробирки помещают в водяную баню, нагретую до температуры 40 °С, и выдерживают 30 мин. После охлаждения измеряют оптическую плотность в кюветах с толщиной слоя 10 мм по отношению к первому раствору при 410 нм. По полученным данным строят градуировочный график.

Отбор проб

Для определения максимальной разовой концентрации формальдегида воздух аспирируют в течение 30 мин со скоростью 1,5 л/мин через два последовательно соединенных поглотительных прибора, заполненных 5 мл ацетилацетонового поглотительного раствора. В процессе отбора пробы образуется нелетучее производное формальдегида.

Ход анализа Отобранные пробы в поглотительных приборах помещают в водяную баню и выдерживают 30 мин. После охлаждения измеряют оптическую плотность. Содержание формальдегида в пробе находят по градуировочному графику и рассчитывают содержание формальдегида в воздухе по формуле, мг/м³:

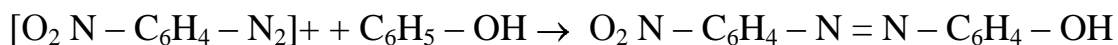
$$C = a V / V_0,$$

где a – концентрация формальдегида, найденная по графику, мкг/мл; V – объем поглотительного раствора, мл; V_0 – объем воздуха, взятого для анализа, приведенный к нормальным условиям, л.

Определение фенола в воздухе

Фенол C_6H_5OH – бесцветные кристаллы, краснеющие на воздухе. Температура плавления $43\text{ }^\circ\text{C}$. Растворимость в воде при температуре $16\text{ }^\circ\text{C}$ – $6,7\text{ г}$ в 100 мл , при $66\text{ }^\circ\text{C}$ смешивается с водой в любых соотношениях. Растворим в этаноле, эфире, хлороформе и других органических растворителях. При вдыхании паров фенола наблюдается раздражение дыхательных путей, расстройство пищеварения, общая и мышечная слабость и другие патологические явления. При попадании фенола на кожу в местах соприкосновения с фенолом происходит омертвление тканей. Наблюдается общее отравление организма, нарушаются функции кровообращения, дыхания, повышается температура.

Предельно допустимые концентрации: максимальная разовая – $0,01\text{ мг/м}^3$, среднесуточная – $0,003\text{ мг/м}^3$. Класс опасности второй. Определение фенола основано на образовании с п-нитрофенилдиазонием в щелочной среде азокрасителя красного цвета:



Предел обнаружения – $0,5\text{ мкг}$ в определяемом объеме. Определению мешают о-, м-крезолы, амины.

Аппаратура и реактивы Фотоколориметр. Электроаспиратор. Поглотительный прибор с пористой пластинкой. Карбонат натрия, $0,8\%$ -ный раствор. Стандартный раствор фенола $0,5\text{ мг/мл}$. Готовят растворением навески фенола в $0,8\%$ -ном растворе карбоната натрия. Нитрит натрия, 25% -ный раствор (свежеприготовленный). п-нитроанилин. п-нитрофенилдиазоний. Готовят добавлением к 50 мл воды $2,5\text{ мл}$ концентрированной соляной кислоты, $2,5\text{ мл}$ 25% -ного раствора нитрита натрия и $0,01\text{ г}$ п-нитроанилина. Тщательно перемешивают. Раствор применяется свежеприготовленным. Пробирки вместимостью 10 мл . Пипетки вместимостью $1,5, 10\text{ мл}$.

Построение градуировочного графика

Готовят раствор фенола с концентрацией 10 мкг/мл путем разбавления исходного раствора водой. В 6 пробирок помещают 0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мкг фенола, с помощью пипетки в каждую из пробирок добавляют раствор карбоната натрия до объема 5 мл и 0,2 мл п-нитрофенилдиазония. Перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 495 нм в кюветах с толщиной слоя 1 см относительно первого раствора. По полученным данным строят градуировочный график.

Ход анализа Воздух со скоростью 0,5 л/мин протягивают через два последовательно соединенных поглотительных прибора, в каждый из которых приливают 6 мл 0,8 %- ного раствора карбоната натрия. Продолжительность отбора – 30 мин. Для анализа берут пробы по 5 мл из каждого поглотительного прибора, добавляют по 0,2 мл раствора п-нитрофенилдиазония. Растворы перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность. Содержание фенола в пробе находят по градуировочному графику. Концентрацию фенола в воздухе (C , мг/м³) рассчитывают по формуле:

$$C = a V_1 1000 / (V_2 V_0),$$

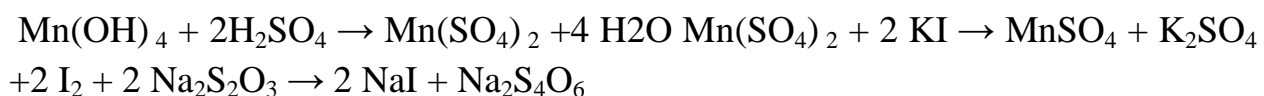
где a – масса фенола, найденная в анализируемом объеме по графику, мкг; V_1 – общий объем пробы, мл (6 мл); V_2 – объем пробы, взятой для анализа, мл; V_0 – объем воздуха, отобранного для анализа, приведенный к нормальным условиям, л.

Лабораторная работа 2. Определение кислорода в воздухе придорожной зоны и в помещениях

Краткая теоретическая часть

Вклад автотранспорта в загрязнение воздуха в крупных городах мира в настоящее время достигает 80 – 90 %. Выхлопные газы автомобилей содержат более 280 различных веществ, многие из которых токсичны и опасны для человека. Кроме загрязнения воздуха транспортные средства, потребляя кислород воздуха, ведут к значительному сокращению его концентрации в воздухе и изменению соотношения концентраций основных компонентов.

Метод основан на окислении кислородом воздуха соли марганца (II) в щелочной среде: $\text{MnSO}_4 + 2 \text{KOH} \rightarrow \text{Mn}(\text{OH})_2 + \text{K}_2\text{SO}_4$ $\text{Mn}(\text{OH})_2 + \frac{1}{2}\text{O}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Mn}(\text{OH})_4$ При взаимодействии $\text{Mn}(\text{OH})_4$ с йодистым калием в кислой среде выделяется йод, количество которого эквивалентно содержанию O_2 в анализируемой пробе воздуха. Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия:



Аппаратура и реактивы Делительная воронка вместимостью 50 или 100 мл. Шприцы вместимостью 5 и 10 мл. Пипетки вместимостью 1мл, 10 мл. Конические колбы вместимостью 250 мл – 2 шт. Бюретки вместимостью 25 мл. Пробка резиновая. Сульфат марганца (II).

Ход работы Растворить 480 г $\text{MnSO}_4 \times 4\text{H}_2\text{O}$ в дистиллированной воде и довести объем до 1 л. Или 425 г $\text{MnCl}_2 \times 4\text{H}_2\text{O}$ растворить в небольшом количестве дистиллированной воды, подкислить HCl (1:1) и довести объем до 1 л. Гидроксид калия, 40 %-ный раствор. Серная кислота, 1:4. Йодистый калий, 10%-ный раствор. Тиосульфат натрия, 0,05 М раствор. Крахмал, свежеприготовленный, 1 %-ный раствор.

Ход анализа Определить объем делительных воронок. Для этого определить массу тщательно высушенной воронки вместе с пробкой и массу ее после наполнения дистиллированной водой при 20°C с закрытой пробкой так, чтобы в ней не оставалось пузырьков воздуха. Делительную воронку с дистиллированной водой устанавливают на месте отбора пробы воздуха, открывают кран и пробку и заполняют анализируемым воздухом. Делительную воронку закрыть резиновой пробкой. Измерить температуру анализируемого воздуха. В лаборатории с помощью шприцев в делительную воронку через резиновую пробку вводят 5 мл раствора $\text{Mn}(\text{II})$ и 5 мл 40 %-ного KOH . Содержимое делительной воронки энергично встряхивают в течение 10 мин и вводят с помощью шприца 10 мл раствора KI и 10 мл H_2SO_4 (1:4). Через 5 мин содержимое делительной воронки количественно переносят в колбу для титрования и титруют тиосульфатом натрия до светло-желтой окраски. Затем к титруемому раствору прибавляют 0,5 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. Содержание кислорода в анализируемом воздухе (мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$C = V_T C_T \times 8 \times 1000 / V_0,$$

где V_T – объем стандартного раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл; C_T – концентрация тиосульфата натрия, моль/л; V_0 – объем анализируемой пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, л.; 8 (г/моль) – молярная масса эквивалента кислорода – $M (1/4 O_2)$. Концентрацию кислорода w в анализируемой пробе в объемных процентах вычисляют по формуле, %:

$$w = V_T C_T \times 5,6 \times 100 / (1000 V_0),$$

где 5,6 (л/моль) – молярный объем эквивалента кислорода.

Лабораторная работа 3. Определение оптической плотности растворов хлорофилла в растениях

Краткая теоретическая часть Для проведения колориметрического анализа травянистых сельскохозяйственных культур можно использовать фотоколориметрический метод анализа. Спектрофотометрический метод более труден в реализации, чем фотоколориметрический, поскольку может определять количественное содержание вещества не только в окрашенном растворе, но и в бесцветных соединениях, в ультрафиолетовом и инфракрасных диапазонах.

Турбидиметрический и нефелометрический методы применяются в тех случаях, когда необходимо измерить количественный показатель того или иного вещества в растворе, который в свою очередь имеет в себе взвешенные частицы не способные полностью или частично раствориться и будут являться суспензией. Люминесцентный метод не подходит, так как экстракт хлорофилла не имеет люминесцентных свойств и не может излучать энергию в виде света, вследствие чего имеет место быть невозможность проведения измерений.

Аппаратура и реактивы Концентрационный фотоэлектрический фотометр КФК-3 (спектрофотометр, колориметр) выпускается в трёх модификациях: фотометр фотоэлектрический КФК-3-01, фотометр фотоэлектрический КФК-3-02 с термостагируемым кюветным отделением, фотометр фотоэлектрический КФК-3-03 с проточной кюветой с насосом и внешним термостатом для подготовки проб - предназначены для измерения спектрального коэффициента направленного пропускания, оптической плотности прозрачных жидкостных растворов, а так же для скорости

изменения оптической плотности и концентрации веществ в растворах после предварительной градуировки фотометров потребителем.

Область применения КФК-3: используются для оснащения клиничко-диагностических лабораторий лечебно-профилактических учреждений, поликлиник, и других медицинских учреждений с целью автоматизации процесса проведения биохимических исследований плазмы крови при диагностике заболеваний, профилактических осмотрах, оценке эффективности лечебных мероприятий, для применения в сельском хозяйстве, на предприятиях водоснабжения, в металлургической, химической, пищевой промышленности и других отраслях.

Малогабаритные концентрационные универсальные спектрофотометры для анализа жидких растворов с использованием современных вычислительных средств. Конструктивно фотометры выполнены в виде моноблока, включающего в себя источник излучения, кюветный отсек, монохроматор и блок регистрации и обработки данных. В качестве диспергирующего элемента применен монохроматор на дифракционной решетке. В модификации КФК-3-02 используется термостатируемое кюветное отделение, а в модификации КФК-3-03 проточная кювета с насосом и внешним термостатом для подготовки проб.

Ход работы Первым этапом осуществляется подготовка растительного сырья к экстракции. При помощи ступки и пестика осуществляется измельчение сырья до однородной массы. Масса каждого образца составляет 20 ± 0.5 грамм. Далее сырье доводят до однородной массы. К нему подливают экстрагирующее вещество, в качестве которого можно использовать 90 % спирт, поскольку он сможет в полной мере осуществить процесс экстракции и в дальнейшем не повредит чувствительные к воздействию кварцевые кюветы. По предварительным оценкам потребуется около 50 мл экстрагента на один образец для полноценной экстракции хлорофилла (рисунок 1).

Далее образцы должны быть помещены в тёмное место при комнатной температуре на сутки для полноценного протекания реакции. Затем образцы необходимо разделить на твёрдую и жидкие составляющие. Для осуществления отделения образцы необходимо поместить в центрифугу и произвести процесс центрифугирования, в результате которого образцы разделятся на две части, твёрдую и жидкую соответственно.

Следующим этапом проводятся сами измерения на фотоколориметре КФК-3-"30МЗ". Первым действием в кварцевую кювету наливается 90 %

спирт, оптическая плотность которого принимается за ноль. Во вторую кювету необходимо налить хлорофиллосодержащий раствор, полученный на прошлых этапах, после чего прибор сможет определить оптическую плотность каждого из образцов предлагаемых растений.



Рисунок 1 - Образец измельченного растения для приготовления хлорофилловой вытяжки

На следующем этапе после суточной выдержки образцов в тёмном месте при комнатной температуре образцы были отцентрифугированны в центрифуге - "Multicentrifuge CM 6M.01" (рисунки 2,3).



Рисунок 2. - Отцентрифугированные образцы

На следующем этапе после суточной выдержки образцов в тёмном месте при комнатной температуре образцы были отцентрифугированны в центрифуге - "Multicentrifuge CM 6M.01".



Рисунок 3. - Центрифуга "Multicentrifuge CM 6M.01".

После процесса центрифугирования и отделения твёрдых фракций образца от искомого хлорофиллосодержащего раствора производится фотоколориметрия образцов на приборе - "Фотоколориметр КФК-3-"30МЗ".

Для проведения фотокалориметрии необходимо включить и прогреть прибор как того и требует инструкция, после прогрева выставить длину волны испускаемого света, значением, равным 555.5нм, что оптимально подходит для работы с зелёными растворами.

После того как прибор готов к работе, в первую кварцевую кювету наливается калибровочный образец, значения которого в последующем принимаются за нулевую оптическую плотность, этот образец состоит, в данном случае, из 90 % спирта и установлен в ложе номер один. Во вторую кювету наливается хлорофиллосодержащий раствор и помещается в ложе номер два.



Рисунок 4 - Фотоколориметр КФК-3-"30МЗ" с установленным для измерения образцом

Анализ результатов

При помощи фотоколориметра КФК-3-"30МЗ" была определена оптическая плотность хлорофиллсодержащих растворов, при испускаемой длине волны равной 555.5 нм. На основании проведенных измерений, с помощью формулы (1) проводятся расчеты.

$$D(A) = \lg \frac{\Phi_{in}}{\Phi_{out}} ; \quad (1)$$

Где $D(A)$ - Оптическая плотность;

\lg - десятичный логарифм;

Φ_{in} - поток излучения, падающий на объект;

Φ_{out} - поток излучения, прошедший через объект.

Показатель наибольшей оптической плотности соответствует низкой продуктивности растения в плане воспроизведения хлорофилла *a*.

Список литературы:

1. Чеснокова С.М., Гришина Е.П. Ч 51 Практикум по экологическому мониторингу / Владим. гос. ун-т. Владимир, 2004. - 144 с.
2. Экологический мониторинг. Методы и средства. Учебное пособие. Часть 1./А.К. Муртазов. Рязанский государственный университет имени С.А. Есенина.-Рязань, 2008.- 146с.